

Лекция 6. Подготовка проб к испытаниям и анализам

Проба – это часть опробуемого материала отнесенная к определенному объему рудного тела или отбитой руды и характеризующая с заданной точностью исследуемое свойство полезного ископаемого.

Подготовка проб для химических анализов определяется стандартными требованиями к лабораторной пробе. При этом содержание компонента в лабораторной пробе и навеске, поступающих на химический анализ, должно быть в пределах допустимых погрешностей обработки, соответствовать содержанию компонента в исходной пробе.

Массы отбираемых проб варьируют в широких пределах от долей до сотен килограммов, а размеры частиц и обломков руды от долей миллиметра до десятков сантиметров.

Масса лабораторной пробы 50-100 г при крупности частиц рудного материала 0,1-1 мм, а масса на химический анализ – первые граммы, крупность частиц менее 0,1 мм.

Для обеспечения соответствия содержаний химических компонентов в лабораторной и исходной пробах рудный материал подготавливается, измельчается, перемешивается и сокращается.

Подготовка проб для минералогических исследований определяется необходимостью качественной диагностики рудных и нерудных минералов в руде и подсчета их количественных соотношений. Поэтому методы подготовки направлены на то, чтобы наиболее полно и конкретно проявились контуры минералов, текстурный и структурный рисунок на исследуемых образцах. С этой целью поверхности штрафных минералогических проб полируются, после чего рудные минералы окрашиваются в характерный цвет и могут быть определены и подсчитаны.

При шлиховом опробовании рыхлых отложений концентрат, полученный отмывкой в лотке или на специальных устройствах, разделяется по плотности на тяжелую и легкую фракции, а по магнитным свойствам - на немагнитную, магнитную и электромагнитную фракции, после чего для каждой из них производится количественный подсчет рудных минералов.

Техническое опробование для определения физико-механических свойств горных пород и руд проводится на пробах (образцах) одинаковых размеров и геометрии. Для проведения технических испытаний из руд и горных пород выпиливаются образцы кубической или цилиндрической формы определенных размеров, которые затем испытываются на прочностные характеристики: сопротивление сжатию, разрыву, на сдвиг и другие.

При подготовке технологической пробы для исследования свойств обогатимости рудный минерал дробится до определенной крупности, подсушивается или обезвоживается до необходимой влажности.

При подготовке товарных проб к испытаниям следует руководствоваться методами подготовки химических, минералогических или технических проб в зависимости от потребительской ценности товарной продукции.

Товарные пробы должны быть подготовлены к различного рода испытаниям таким образом, чтобы обеспечить метрологическую воспроизводимость методов их испытаний в соответствии с действующими стандартами. При этом фактическую погрешность подготовки товарной пробы можно проконтролировать стандартными методами у поставщика и потребителя.

Погрешность и контроль опробования

Погрешность опробования является интегральным показателем и может возникнуть при отборе пробы, при ее подготовке к испытаниям и в процессе самих испытаний. Практически точными считаются пробы, для которых отсутствуют систематические погрешности, а случайные погрешности находятся в пределах допустимых отклонений. Величина погрешности опробования зависит от вещественного состава и сложности строения руды, способов отбора проб, подготовки и анализа проб.

Например, в рудах сложного строения, характеризующихся различными текстурами и структурами, сложенных минеральными агрегатами, которые отличаются по физико-механическим свойствам, практически очень трудно выполнить одно из важнейших условий опробования – обеспечить выход с единицы длины бороздовой пробы одинаковых объемов материала.

Принципиальные отличия отмечаются в опробовании руд в коренном залегании и отбитых рудных масс.

При опробовании руд в коренном залегании объекту опробования свойственны структурные уровни неоднородности организации вещества. Так, непосредственно в забое при геологической документации приходится фиксировать, во-первых, отдельные кристаллы (зерна) минералов, во-вторых, агрегаты кристаллов и, в-третьих, локальные обособления руд с характерными структурами и текстурами (тип руды).

Объектами химического, технического и технологического опробования при разведке и эксплуатации являются типы руд, а более низкие уровни организации рудного вещества изучаются при минералогическом опробовании.

Погрешности подготовки и испытаний проб не зависят от того, где взяты пробы – из руды в коренном залегании или из отбитой рудной массы, поскольку в процессе пробоотбора **структура объекта опробования будет нарушена**. При обработке пробы каждой стадии ее дробления и измельчения свойственны погрешности и определения содержания. Необходимым условием при обработке проб является определение минимальной массы представительной пробы для каждой стадии обработки.

Представительной пробой минимальной массы является такая пробы, в которой при максимальном сокращении материала данной стадии дробления сохраняются исследуемые свойства, и погрешность сокращения не выходит за пределы допустимой. Экспериментальными исследованиями установлено, что масса представительной пробы прямо пропорциональна крупности частиц, степени неоднородности материала и обратно пропорциональна допустимой погрешности сокращения.

При проведении опробования возникают различные технические погрешности, которые подразделяются на систематические и случайные. Погрешности отбора проб могут быть вызваны избирательным истиранием керна, выкрашиванием хрупких минералов при отбойке руды.

Погрешности обработки проб возникают за счет потери части материала при дроблении, засорения проб оставшимся материалом от предыдущих проб, нарушением схемы обработки проб.

Опробование руды при разведке и эксплуатации месторождения – ответственный процесс. Ошибки в опробовании ведут к неверной промышленной оценке месторождений и неправильному принятию решений при формировании и управлении качеством руды.

Для обеспечения достоверности опробования необходим постоянный контроль погрешностей. Задачи контроля опробования состоят в выявлении и устраниении систематических погрешностей, определении и уменьшении случайных погрешностей.

Контроль химических анализов подразделяется на внутренний и внешний геологический контроль.

Метрологическое обеспечение опробования. Стандарты по опробованию

Метрология – это наука об измерениях, методах и средствах обеспечения их единства, о способах достижения требуемой точности. Метрологический подход к опробованию становится возможным, если пробы рассматривать как специфический локальный замер, а процесс опробования как метрологический измерительный процесс.

Метрологическое обеспечение и стандартизация опробования объектов в коренном залегании оформляется в виде стандарта предприятия по опробованию скважин, забоев горных выработок и складов руды.

В стандартах предприятия по опробованию должны обязательно содержаться следующие сведения:

- 1) цели опробования конкретных объектов;
- 2) характеристика опробуемого материала по вещественному составу и физико-механическим свойствам;
- 3) минимальная и необходимая масса пробы;
- 4) число частных (разовых) проб;
- 5) система опробования;
- 6) способ опробования;
- 7) требования к документации опробования;
- 8) схема разделки пробы;
- 9) технические средства для отбора и разделки проб;
- 10) контроль операций опробования;
- 11) наставления по технике отбора и подготовки достоверной пробы;
- 12) правила техники безопасности при опробовании.

К метрологическим показателям товарного опробования относятся следующие:

- 1) масса разовых и общих проб;
- 2) масса поставки партии;
- 3) классификация руд по вариации качества;
- 4) допустимая погрешность отбора, подготовки испытания для конкретного числа разовых проб;
- 5) число разовых проб для партии определенной массы, данной вариации качества и заданной погрешности.

Конечной целью стандартизации опробования является итоговая метрологическая таблица, в которой во взаимной связи отражаются метрологические показатели.

Стандартизация товарного опробования проводится на разных уровнях, среди которых выделяются:

- 1) стандарт предприятия;
- 2) отраслевой стандарт;
- 3) национальный стандарт (ГОСТ);
- 4) международный стандарт (МС).

Стандартизация товарного опробования унифицирует и регламентирует операции опробования, повышает качество опробования руд и концентратов, нормализует отношения между поставщиком и потребителем данного вида товарной продукции.



SATBAYEV
UNIVERSITY

ПРОБА

Геофизика

Геология

Полезные
ископаемые

Физика

Минералогия

Петрография



Классификация методов исследования

Физические

- РФА
- Рентгенодифракционный (рентгеноструктурный) -РДА (РСА)
- ИСП-МС
- Атомно-эмиссионный - АЭС
- Атомно-абсорбционный - AAC
- Нейтронно-активационный (NAA)
- Электронно-зондовый (РМА)
- Электронная микроскопия (СЭМ, РЭМ)
- ИК-спектроскопия
- Ядерно-магнитный резонанс (ЯМР)
- Электронный парамагнитный резонанс - ЭПР
- Мёссбауэрская спектроскопия

Химические

- «Мокрая химия»
- Пробирный
- Силикатный анализ
- Рациональный химический анализ (фазовый)

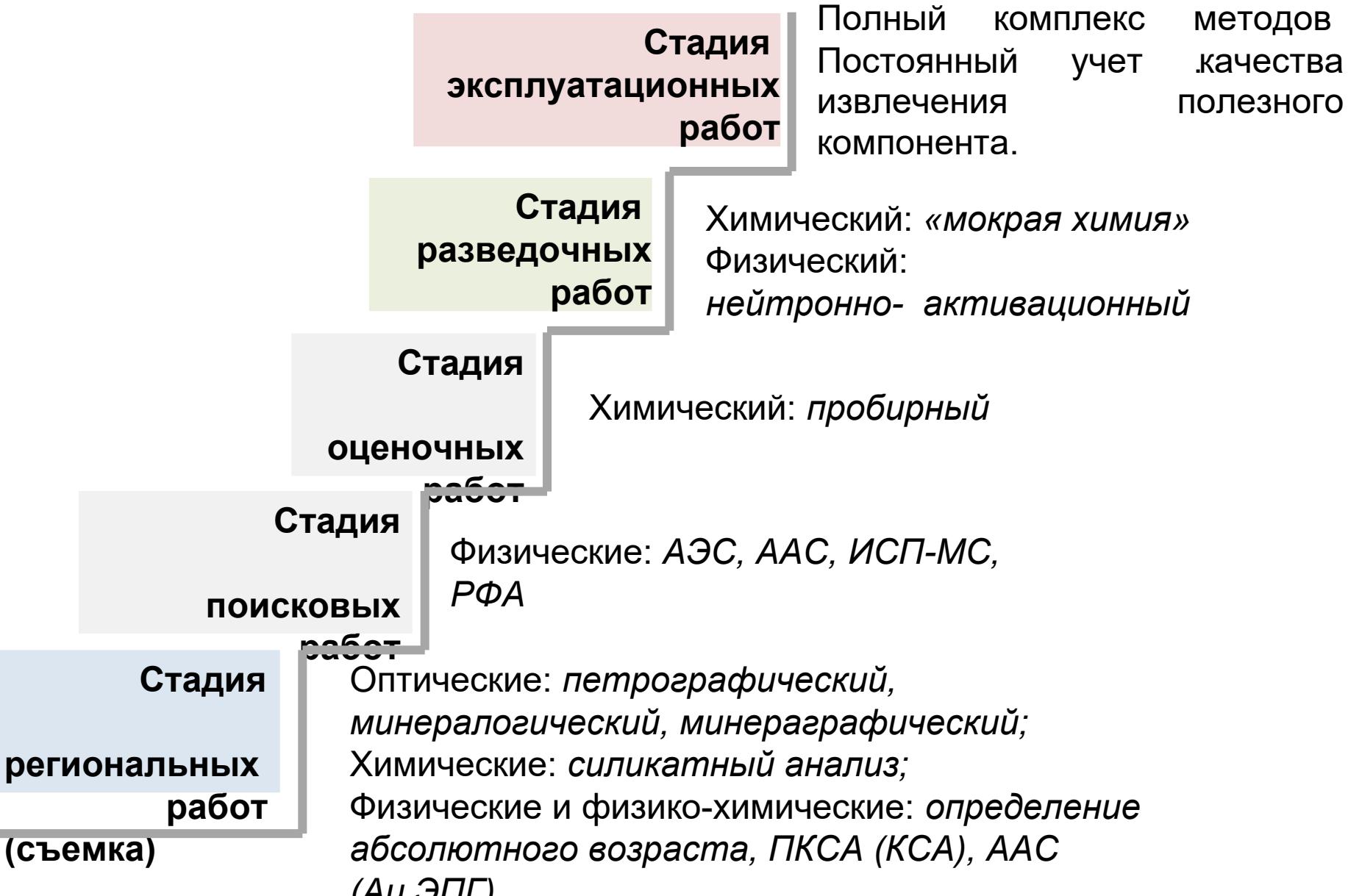
Физико-химические

- Полярографический
- Термический
- Термобарогеохимия

Оптические

- Петрографический
- Минерографический
- Иммерсионный

Стадии ГРР → методы исследования МС



Пробы для лабораторных исследований



SATBAYEV
UNIVERSITY

Химических концентратов
Химический состав руды, содержание полезных компонентов
Анализы: спектральный химический
Вес пробы не более 1 кг, обычно 0,4-0,5 кг.
Размер материала 0,2-0,4 мм

Минералогические
Качественная и количественная характеристика руды: текст.-структурные особенности, минеральные ассоциации, вторичные изменения, формы проявления ценных компонентов, распределение их по крупности (по классам)
Анализы:
Оптические (минералогический петрографический, минераграфический)
Вес пробы от 1 кг и выше. Штуфы и пробы (м.б. групповые).

Технологические
Технологические свойства ПИ, качественные и количественные показатели процесса обогащения руд и переработки концентратов
Анализы:
Комплексные Вес пробы от сотни кг до 4-5т. для полузаводского (полупромышленного) испытания составляет десятки (сотни) тонн.

Продукты обогащения и доводки
Контроль процессов технологии и качества получаемых продуктов: концентратов, промежуточных продуктов (промпродуктов) и хвостов (отвальных продуктов).
Анализы:
Оптические, минералогический, физически, химические

Минералогические и химические пробы



Отбор литогеохимических проб



Технологическая проба



Исходный вес представительной пробы

Исходный вес пробы варьируется от сотен гр. до тысяч кг.

Зависит от задачи и вещественного состава объекта опробования

В первую очередь вес зависит от максимального размера составляющих ее фрагментов и рассчитывается по формуле Г. О. Чечотта

$$Q = K \times d^2$$

где Q – исходный вес пробы (кг); d – диаметр наибольших частиц пробы (зерен минералов) (мм); К – коэффициент однородности пробы, зависящий от равномерности распределения полезного компонента в пробе.

Краткая характеристика однородности проб	K
Равномерное (руды черных металлов)	0,05
Неравномерные (разнообразное минеральное сырье и горные породы)	0,10
Весьма неравномерное (руды цветных металлов)	0,20...0,30
Крайне неравномерное (руды редких металлов)	0,4...0,5
Крайне неравномерные золотые руды с крупным (больше 0,6 мм) золотом	0,8...1,0

Обогащение проб и выделение минеральных концентратов



SATBAYEV
UNIVERSITY

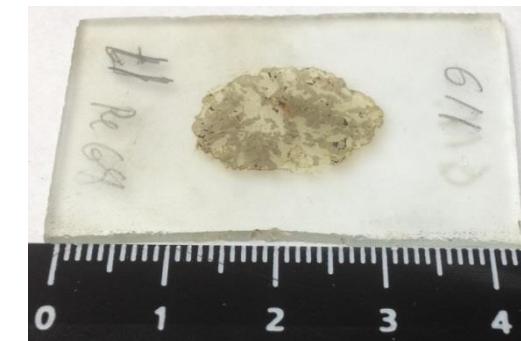
Первичная пробы – штуф или рыхлая масса

Штуфные пробы в первую очередь изучают визуально.

В минералогических лабораториях проводят исследования в покрытых и прозрачно-полированных **шлифах и аншлифах** под микроскопом.



Петрографический кабинет каф.
ГРПИ ТПУ
Источник:
<http://tpu.ru/f/1773/1404232.jpg>



Фотография шлифа

Поляризационный микроскоп МП-201
Источник: http://www.akvilon.su/system/rich/rich_files/rich_files/000/002/249/original/mp201.gif

Дробление , измельчение



Дробилка щековая ЛДЩ-60/100
Крупность исходного материала не более 50 мм

Щековая дробилка выдает материал крупностью 2–15 мм и мельче. Поэтому пробу следует пропускать через дробилку многократно, постепенно уменьшая зазор щек до минимума, и просеивать после каждой операции

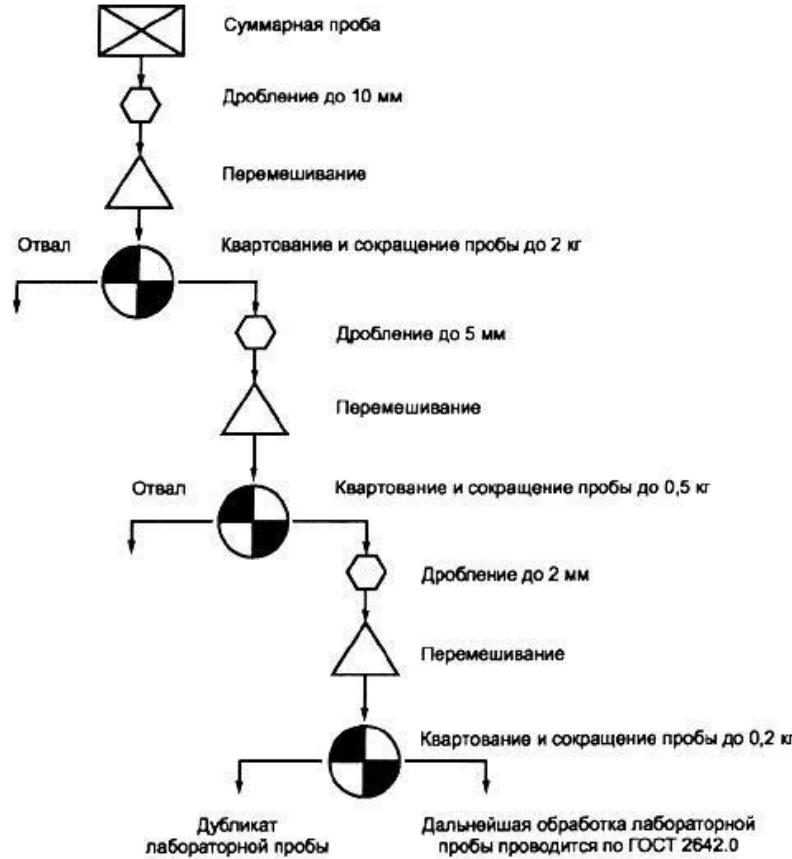


Истиратель дисковый ИД-175
Крупность исходного материала не более 15 мм

Источник фотографии: Михайлов В.В., Гордиенко В.В. Простейшие ..., 2012

После работы дискового истирателя получается материал размером до 0,1 мм и мельче. Пробу также необходимо просеивать, чтобы избежать ее перетирания.

Квартованиe



Пример схемы обогащения

Источник: ГОСТ Р 52540-2006

http://docs.cntd.ru/picture/get?id=P00E7&doc_id=12

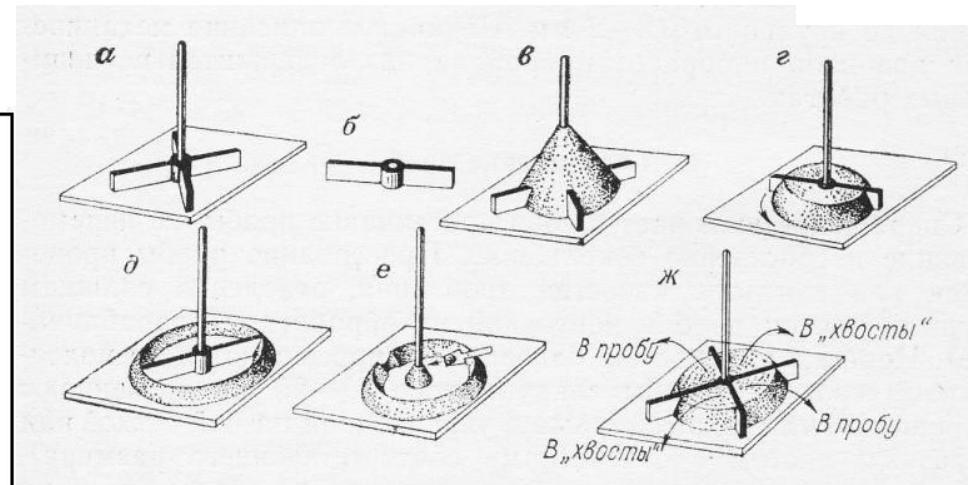
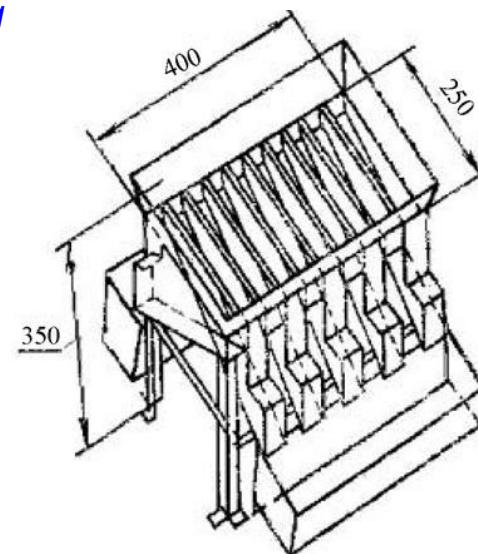


Схема квартования методом «кольца и конуса»

Источник: <http://ok-t.ru/studopedia.ru/baza14/1007865167747.files/image137.jpg>



**Делитель
Джонса**

Источник:
Михайлов В.В.,
Гордиенко В.В.
Простейшие ...,
2012

Подготовка проб к выделению мономинеральных фракций



SATBAYEV
UNIVERSITY

Просмотр шлифов, установление наличия тех или иных минералов, характер вкрапленности минералов и степень их взаимного срастания.

Определение схемы подготовки пробы к обогащению (в общих чертах).

Признаки **невозможности** выделения чистого минерала:

- эмульсионная вкрапленность минерала, исключающая его раскрытие в ходе дробления и измельчения;
- взаимное тонкое прорастание минералов, например сульфидов друг в друге (в этом случае речь может идти о получении коллективного сульфидного концентрата, а не отдельных минералов или же о применении избирательного растворения в кислотах или щелочах);
- широкое развитие вторичных процессов, изменивших первоначальный характер строения и состава минерала: выветрелость, глубоко прошедшее поверхностное окисление и т. д.

Сущность и назначение опробования

Опробование – важнейший вид работ геологоразведочного процесса, представляющий собой совокупность операций, выполняемых для определения качества руды, рудовмещающих пород, продуктов добычи и переработки руды.

Геологическое опробование –
испытание с отбором
вещества

Геофизическое опробование –
испытание (измерение) без отбора
вещества

Основные операции геологического опробования:

- отбор проб
- обработка проб (пробоподготовка)
- лабораторный анализ (испытание) проб

Виды проб

По форме:

-  Точечные – штрафные
-  Линейные – бороздовые, керновые, шпуровые
-  Площадные – задирковые
-  Объемные - валовые

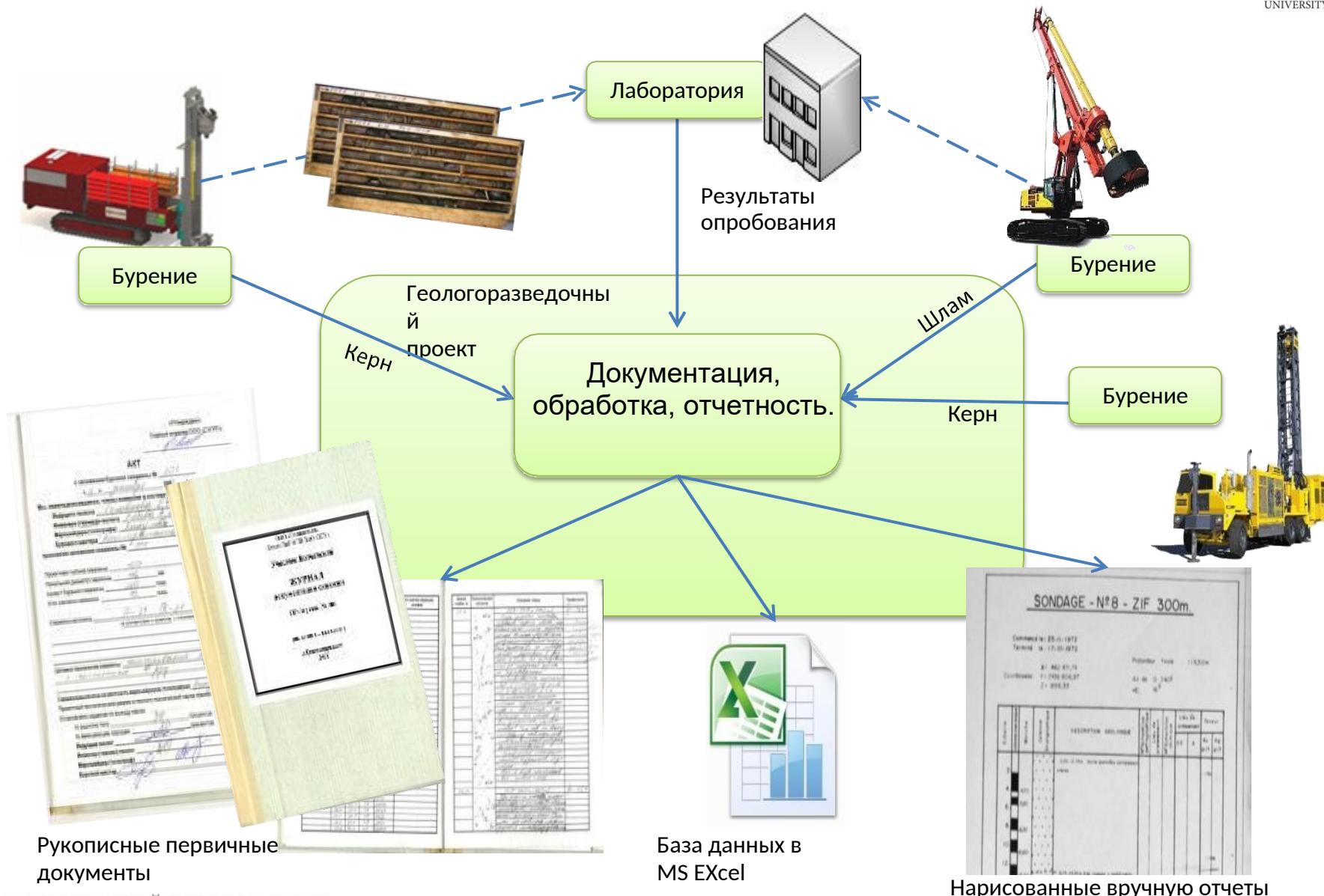
По назначению:

-  Рядовые – для определения главных компонентов
-  Групповые (объединенные) – для определения попутных компонентов

По виду исследования:

-  Анализ химического состава
-  Минералогические
-  Технологические
-  Технические (специальные)

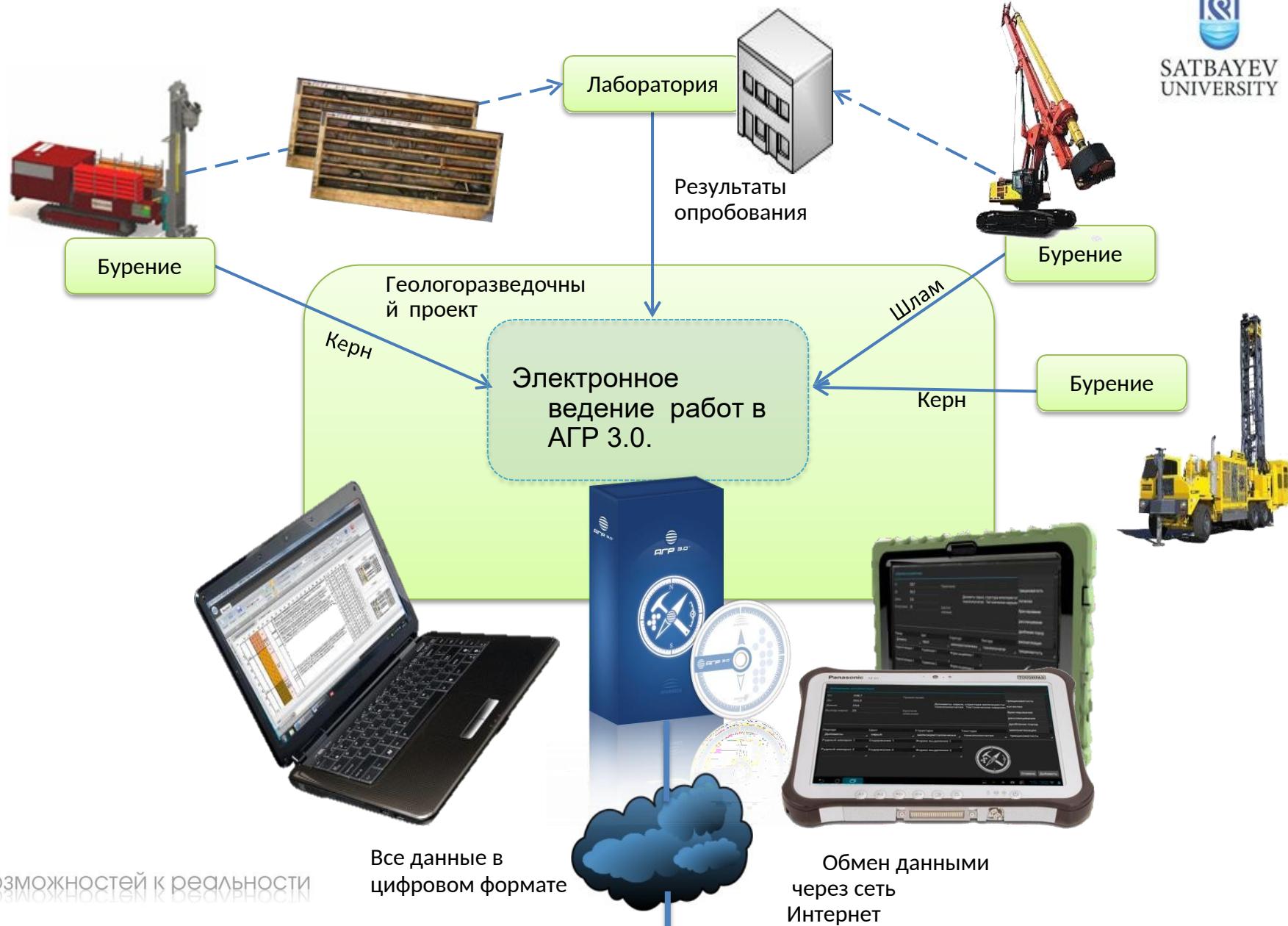
Информационная структура геологоразведочного проекта



Информационная структура геологоразведочного проекта



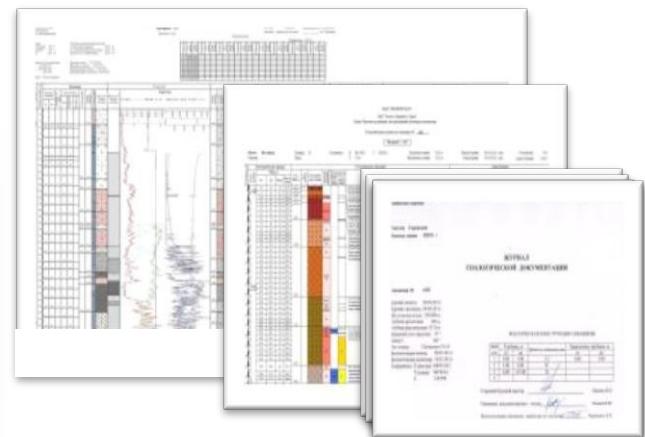
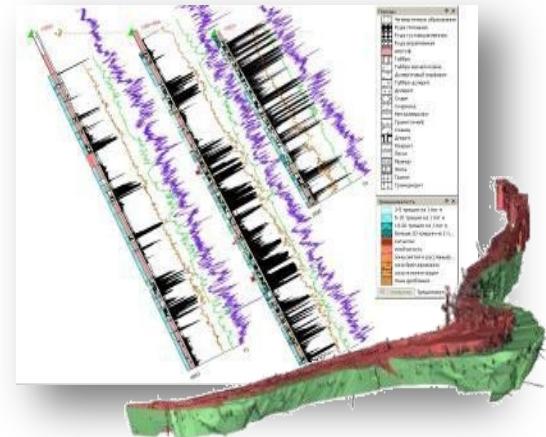
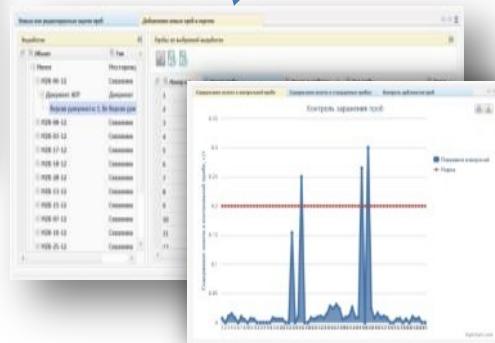
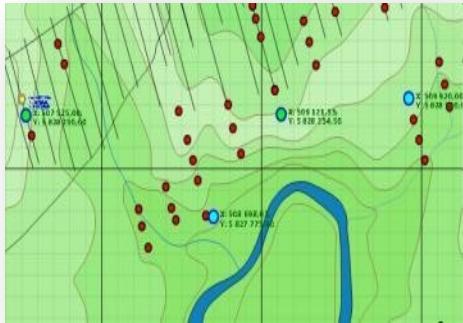
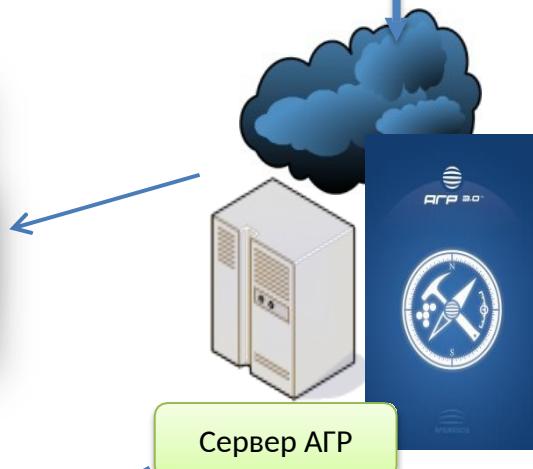
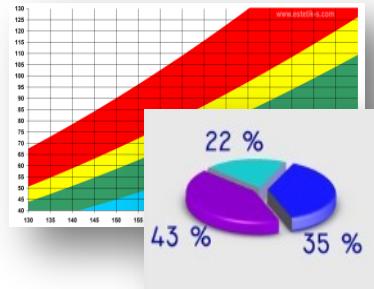
SATBAYEV
UNIVERSITY



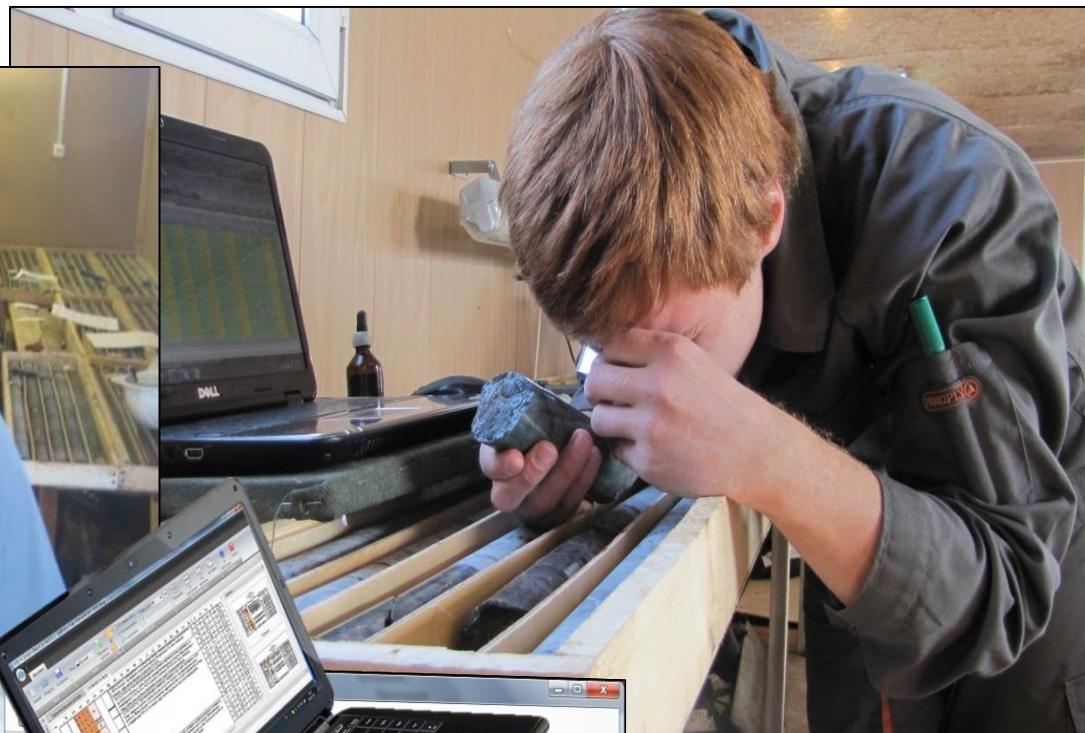
Информационная структура геологоразведочного проекта



SATBAYEV
UNIVERSITY



Геологическая документация и опробование с применением АГР



Создание геологической документации с применением автоматизированной геодокументационной системы "Документация" (AGR) и "Работа с шаблонами" (AGRTE) комплекса "Автоматизация горных выработок".

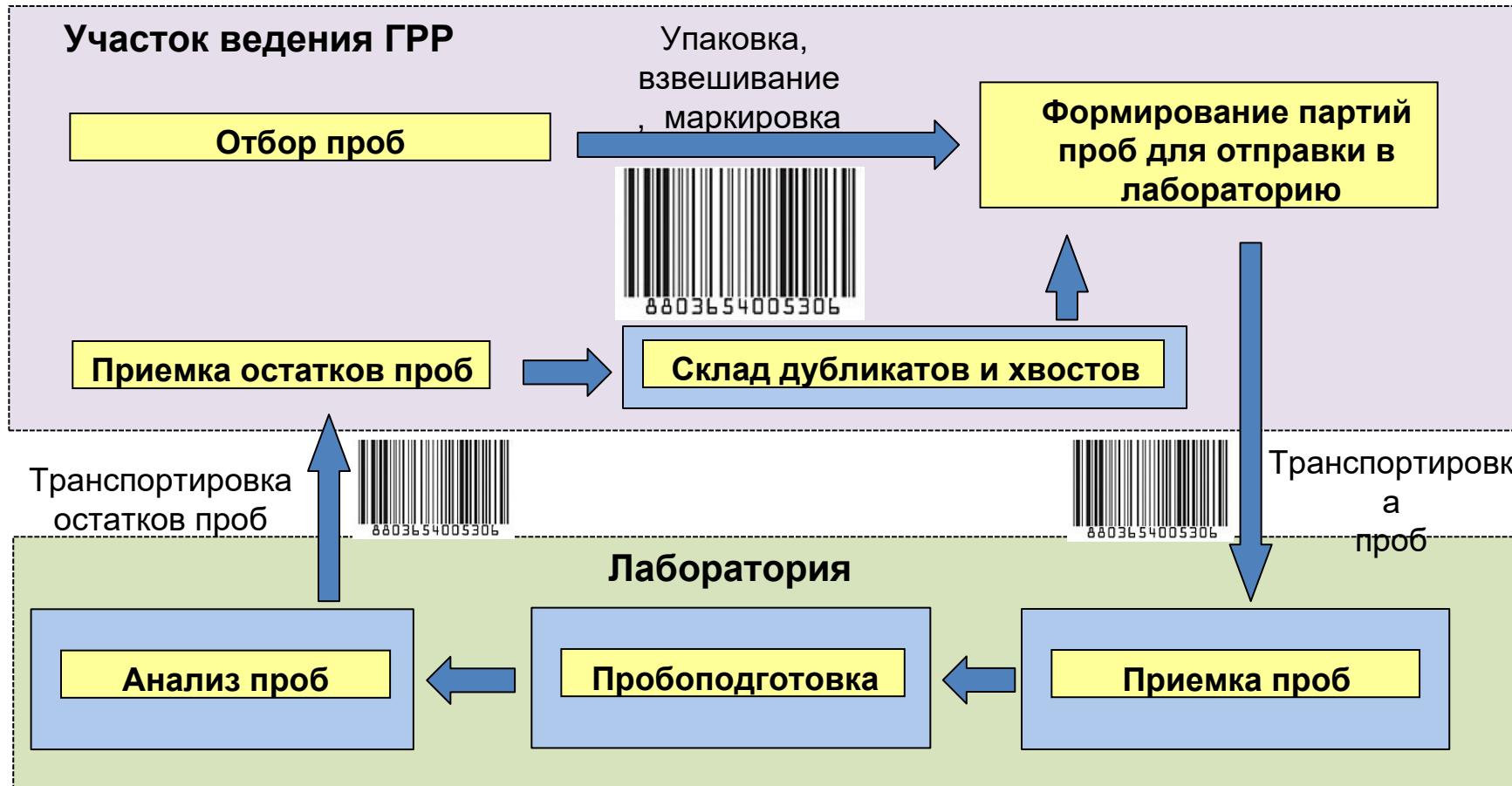
Программный продукт "Документация" (AGR) предназначен для ввода данных по горным выработкам с использованием шаблонов, созданных в программном продукте "Работа с шаблонами" (AGRTE).

Шаблон документа позволяет определить структуру геологического описания и снабдить его наиболее полным количеством признаков и характеристик, необходимых и достаточных для изучения каждого конкретного геологического объекта.

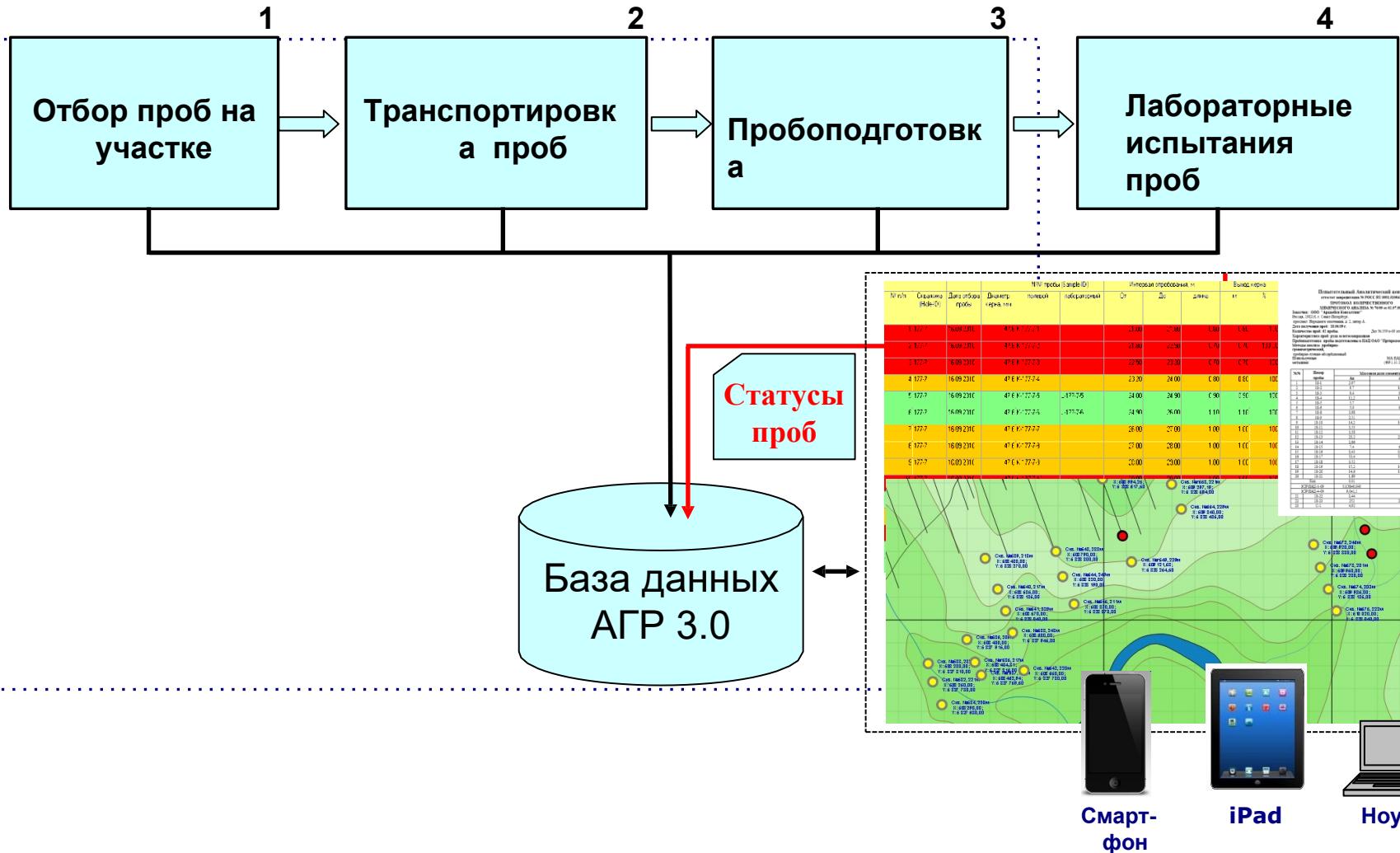
Интеграция АГР и ЛИМС. Движение проб.



SATBAYEV
UNIVERSITY



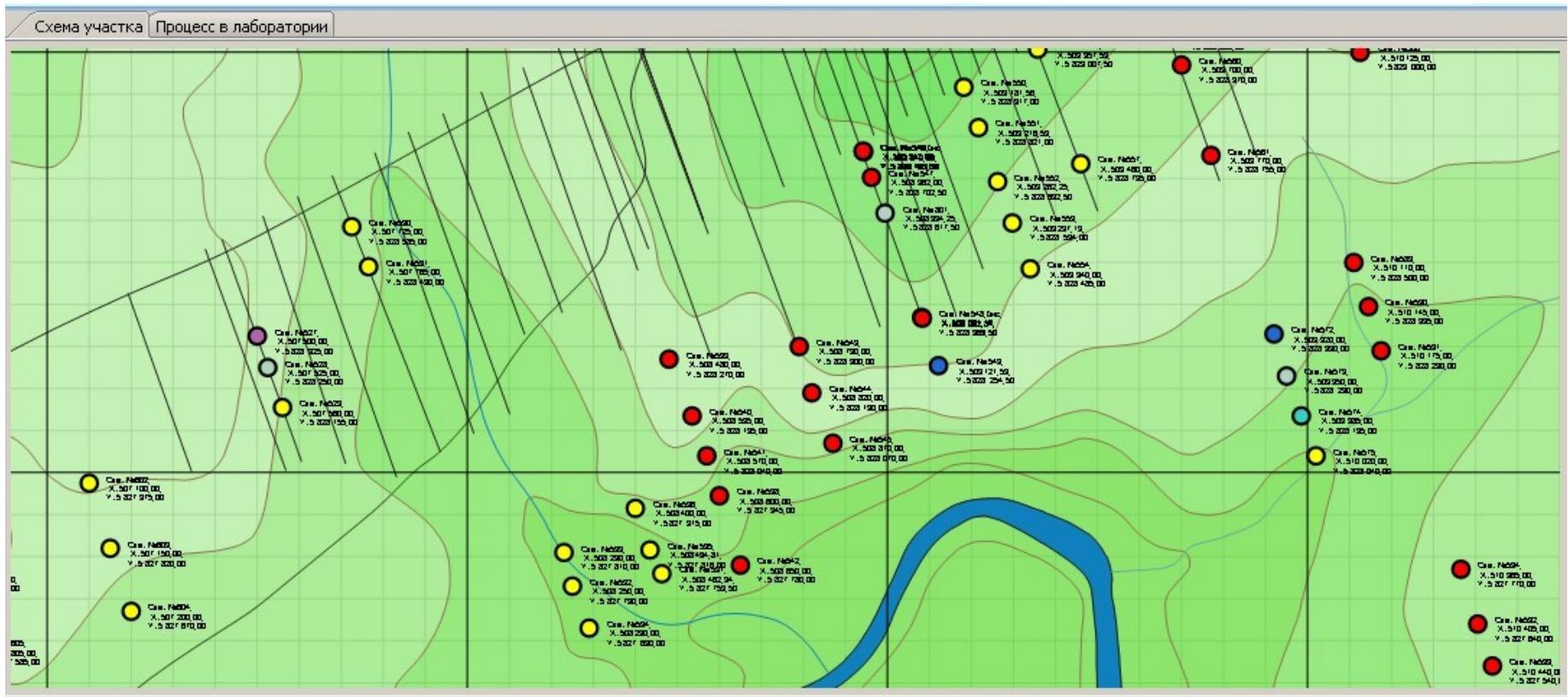
Контроль движения проб. Общая схема



Контроль движения проб. Интерактивная карта



SATBAYEV
UNIVERSITY





Контроль движения проб.

Контроль движения проб. Таблица

Таблица

Скважины

№ Скважины	X	Y	Состояние					
612	512620	5829760	Задокументирована					
527	507		Результаты опробования					
г548	509		№ скважины: [596]					
№ пробы от до длина Масса Дата и номер заказа Дата и номер ведом Код породы Наименование пород и руд Си(общ)% Мо %								
581	511	109205001	0 1 1 4,18 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	TH	Техногенные отложения	0,29	0,0027
570	510	109205002	1 2 1 4 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	TH	Техногенные отложения	0,17	0,0015
530	507	109205003	2 3 1 3,88 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	TH	Техногенные отложения	0,4	0,0029
588	511	109205004	3 4 1 3,96 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	TH	Техногенные отложения	0,52	0,0026
533	508	109205005	4 5 1 4,3 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	PS	Песчаники неизмененные	1,8	0,0032
575	510	109205006	5 6 1 4,2 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	PS	Песчаники неизмененные	1,53	0,0056
594	510	109205007	6 7 1 3,92 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	PS	Песчаники неизмененные	1,55	0,0073
596	510	109205008	7 7,9 0,9 3,46 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	PS	Песчаники неизмененные	1,67	0,007
597	510	109205009	7,9 9 1,1 4,58 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	PS1	Песчаники слабо измененные	1,31	0,007
561	509	109205010	9 10 1 3,94 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	PS1	Песчаники слабо измененные	1,35	0,013
		109205011	полев	4,32	28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00		
		109205012	10 11 1 4,06 28.09.2010_361	16.11.2010 9:00:00	PS1	Песчаники слабо измененные	1,13	0,0079

Геологический контроль аналитических работ



SATBAYEV
UNIVERSITY

AGR 3.0 - Управление данными - Mozilla Firefox

агз.нұ/дата_management/

AGR 3.0 - Управление данными Выработки и документы

Структура

Выработка и документы

- Загрузка в проект
- Выработки и документы
- Интерактивная карта
- Экспорт данных
- Журналы ошибок
- Ориентиране**
- Создание партий
- Взаимодействие с лабораториями
- Контроль качества (QA/QC)

Новые или редактируемые партии проб.

Добавление новых проб в партию

Пробы, включенные в выбранную выработку

№	Номер к.л.	Номер пробы	Номер выработки	Тип пробы	Описание пробы
1	HZK811	HZK-16-12			Хвосты
2	HZK810	HZK-16-12			Внутренний контроль
3	HZK844	HZK-16-12			Стандарт ВН
4	HZK809	HZK-16-12			Стандарт
5	HZK808	HZK-16-12			Полевой бланк
6	HZK807	HZK-16-12	CORE		Дубликат
7	HZK806	HZK-16-12	CORE		Березит
8	HZK805	HZK-16-12			Полевой бланк
9	HZK804	HZK-16-12	CORE		Березит
10	HZK803	HZK-16-12	CORE		Березит
11	HZK802	HZK-16-12	CORE		Березит
12	HZK801	HZK-16-12	CORE		Березит
13	послед.	послед.	послед.		Чистота

Новые или редактируемые партии проб

Добавление новых проб в партию

Выработки

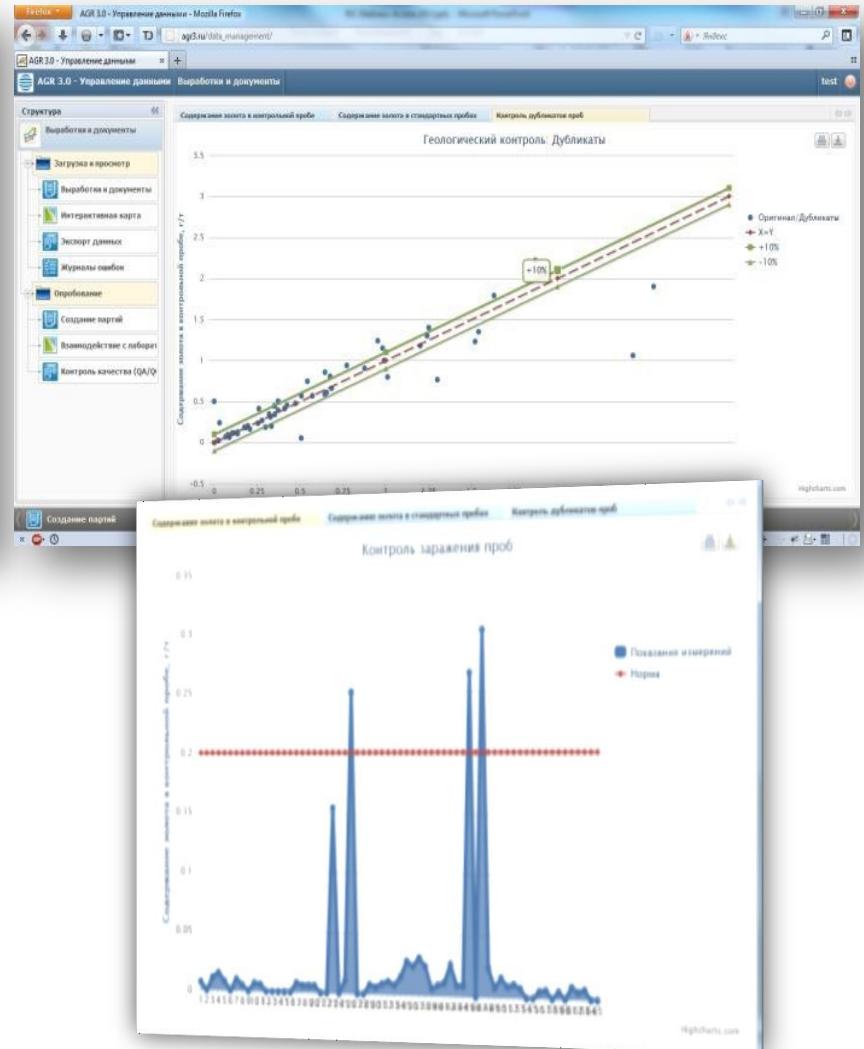
Объект

Минералы

Номер	Несторожд.	Сланцина
HZK-06-12	Сланцина	
Документ АГР	Документ	
беренс документа: 1. Ве Версия док		
HZK-08-12	Сланцина	
HZK-03-12	Сланцина	
HZK-17-12	Сланцина	
HZK-18-12	Сланцина	
HZK-28-12	Сланцина	
HZK-13-12	Сланцина	
HZK-15-12	Сланцина	
HZK-07-12	Сланцина	
HZK-10-12	Сланцина	
HZK-25-12	Сланцина	

Пробы по выбранной выработке

Номер п.л.	Номер пробы	Номер выработки
1	MZ1490	HZK-06-12
2	MZ1491	HZK-06-12
3	MZ1492	HZK-06-12
4	MZ1493	HZK-06-12
5	MZ1494	HZK-06-12
6	MZ1495	HZK-06-12
7	MZ1496	HZK-06-12
8	MZ1497	HZK-06-12
9	MZ1498	HZK-06-12
10	MZ1499	HZK-06-12
11	MZ1500	HZK-06-12
12	MZ1501	HZK-06-13



Информационное сопровождение опробования.

Итог

• **Детальная геологическая характеристика любой пробы:**

- Привязка к выработке и интервалу опробования
- Информация по каждому документируемому признаку
- Формирование партий проб по заданным признакам

• **Идентификация пробы с помощью штрих-кодов на всех стадиях движения проб:**

- Отбор пробы, формирование партии проб
- Транспортировка проб
- Приемка проб, пробоподготовка, лабораторные испытания
- Склад дубликатов и остатков проб

• **Детальный статус по любой пробе:**

- Где находится (в пути, в цехе пробоподготовки, в лаборатории, ...).
- На какой технологической операции (дробление, измельчение, ...).

• **История каждой пробы:**

- Когда и кем была отобрана.
- Когда, кем, по какой технологической схеме обрабатывалась.
- Когда, кем, по какой методике анализировалась
- Местонахождение и параметры дубликатов и остатков проб

• **Геологический контроль аналитических работ**

- Информация по контрольным пробам
- Автоматизация процедур контроля